

COATING FILM-FORMABLE COMPOSITION AND COSMETIC USING THE SAME

Patent number: JP10330619
Publication date: 1998-12-15
Inventor: SAKUTA KOJI; AOKI HISASHI
Applicant: SHINETSU CHEMICAL CO
Classification:
- **international:** C08L83/04; A61K7/00; A61K7/06; C09D183/04
- **European:**
Application number: JP19970143802 19970602
Priority number(s): JP19970143802 19970602

Also published as:

 EP0882766 (A2)
 US6258347 (B1)
 EP0882766 (A3)
 EP0882766 (B1)
 DE69816526T (T2)

[more >>](#)[Report a data error here](#)**Abstract of JP10330619**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition suitable for hair cosmetic and capable of forming a coating film excellent in water resistance, sweat resistance, oil resistance, gloss and slipping property, including a specific highly polymerized silicone and specific oil solution. **SOLUTION:** This composition is obtained by including (A) 0.5 to 80% of highly polymerized silicone of formula I [R<1> is a 1-20C alkyl, etc.; R<2> is a 1-15C alkyl substituted with fluorine; R<3> is an amino or amino-containing organic group such as R<5> Z[R<5> is a 2-6C alkylene; and Z is -NR<6> 2 (R<6> is H or a 1-5C alkyl)]; R<4> is R<1> , etc.; (k) and (m) are each an positive integer; (n) is 0 or (k), (k+m+n) is 2,000 to 20,000; the nitrogen content is 0 to 10,000 ppm, the fluorine content is 1 to 50 wt. %}, and (B) 20 to 99.5% of an oil solution selected from the group consisting of a straight chain silicone oil having a viscosity (25 deg.C) of <=1,000 cSt shown by formula II ((p) and (q) are each 0 to 500, and (p+q) is 0 to 500), a cyclic silicone oil of formula III((x) and (y) are each 0 to 7, and (x+y) is 3 to 7) and an isoparaffin-based hydrocarbon oil having a boiling point (at atmospheric pressure) of 60 to 260 deg.C.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-330619

(43) 公開日 平成10年(1998)12月15日

(51) Int. C1.⁶
C 0 8 L 83/04
A 6 1 K 7/00
7/06
C 0 9 D 183/04

識別記号

F I
C 0 8 L 83/04
A 6 1 K 7/00
7/06
C 0 9 D 183/04

J

審査請求 未請求 請求項の数 6 OL (全10頁)

(21) 出願番号 特願平9-143802

(22) 出願日 平成9年(1997)6月2日

(71) 出願人 000002060
信越化学工業株式会社
東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(72) 発明者 作田 晃司
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコーン電子材料
技術研究所内
(72) 発明者 青木 寿
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコーン電子材料
技術研究所内
(74) 代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54) 【発明の名称】被膜形成性組成物およびこれを用いた化粧料

(57) 【要約】 (修正有)

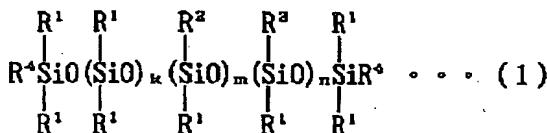
【課題】耐水性、耐汗性、耐油性、光沢および滑り性に優れた被膜を与えるシリコーン組成物およびこれを用いた化粧料の提供。

【解決手段】(A) フッ素置換アルキル基をもつか、あるいはフッ素置換アルキル基とアミノ基またはアンモニウム基含有有機基をもつ高重合シリコーンと、(B) ①フッ素置換アルキル基を有したまたは有しない直鎖状シリコーン油、②フッ素置換アルキル基を有したまたは有しない環状シリコーン油、および③イソパラフィン系炭化水素油から選ばれる油剤とからなる組成物。また、上記組成物を配合してなる化粧料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 一般式 (1) :

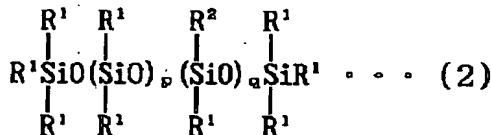
【化1】



{ここで、R¹は炭素数1～20のアルキル基またはアリル基であり、R²は炭素数1～15のフッ素置換アルキル基であり、R³は式R⁵Z [R⁵は炭素数2～6のアルキレン基であり、Zは-NR⁶₂、-N⁺R⁶₃A⁻、-NR⁶(CH₂)_aNR⁶₂、-NR⁶(CH₂)_aN⁺R⁶₃A⁻の何れかであり、R⁶は水素原子または炭素数1～4のアルキル基であり、Aはハロゲン原子であり、aは2～6の整数である]で示されるアミノ基またはアンモニウム基含有有機基であり、R⁴はR¹、R²、R³または水酸基であり、kおよびmは正の整数、nは0または正の整数であってk+m+nは2,000～20,000の整数であり、窒素含有量が0～10,000ppmであり、フッ素含有量が1～50重量%である}で示される高重合シリコーン0.5～80重量%と、

(B) ①一般式 (2) :

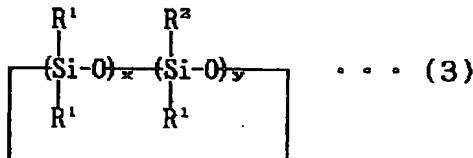
【化2】



{ここで、R¹、R²は前記と同じ、pは0～500の整数、qは0～500の整数であり、p+qは0～500の整数である}で示され、25℃における粘度が1,000cSt以下の直鎖状シリコーン油、

②一般式 (3) :

【化3】



{ここで、R¹、R²は前記と同じ、xは0～7の整数、yは0～7の整数であり、x+yは3～7の整数である}で示される環状シリコーン油、および
③常圧での沸点が60～260℃の範囲にあるイソパラフィン系炭化水素油から選ばれる油剤20～99.5重量%となる被膜形成性組成物。

【請求項2】 前記一般式 (1) で示され式中のnが0、R⁴がR¹、R²または水酸基である他は前記と同じ高重合シリコーンを(A)成分とする請求項1記載の被膜形成性組成物。

【請求項3】 前記一般式 (1) で示されフッ素含有量が1～20重量%である高重合シリコーンを(A)成分とする請求項1記載の被膜形成性組成物。

【請求項4】 前記一般式 (1) で示されフッ素含有量が20～50重量%である高重合シリコーンを(A)成分とし、前記一般式 (2) で示されフッ素含有量が20～50重量%である直鎖状シリコーン油および/または前記一般式 (3) で示され式中のxが0、yが3～7である他は前記と同じ環状シリコーン油を(B)成分とする請求項1記載の被膜形成性組成物。

【請求項5】 請求項1～4記載の被膜形成性組成物から選ばれる組成物を配合してなる化粧料。

【請求項6】 I. アニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤から選ばれる界面活性剤0.1～50重量%、

II. 請求項1～4記載の被膜形成性組成物から選ばれる組成物0.1～20重量%およびIII. 水および/またはエタノール1～95重量%を必須成分として配合してなる毛髪用化粧料。

20 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は耐水性、耐汗性、耐油性、光沢および滑り性に優れた被膜を形成するシリコーン組成物およびこれを用いた化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来から、毛髪に光沢や滑り性を与るためにシリコーン油を配合した毛髪用化粧料が用いられている。特に、ブラッシング時の櫛通り性を良くするため、あるいは枝毛等の損傷を防止する目的で、高重合シリコーンがシャンプー、リンス、トリートメント、コンディショナーなどに広く用いられている(特公平7-29906号、特開昭63-183517号、同63-222109号、同63-243018号、同63-316713号、同64-13012号、同64-13013号、同64-43342号、特開平1-272513号各公報参照)。また、毛髪を保護し、かつその効果を長時間持続させることを目的に、アミノ基もしくはアンモニウム基を有する高重合シリコーンも応用されている(特開平5-85918号公報参照)。しかし、性能的には必ずしも十分とは言えず、より高い保護機能、具体的には耐油性と滑り性がさらに向上した毛髪用被膜剤が望まれている。

【0003】 スキンケアおよびメイキャップ用途では、汗による化粧崩れを防止する目的で、被膜形成性のシリコーン樹脂が用いられている(特公平6-15448号、同6-15452号、特開昭61-161209号、同61-161211号、同62-298511号、同62-298512号、同62-298518号、同62-298519号各公報参照)。しかしながら、これらのシリコーン樹脂を配合するとべたつき感やつっぱり感を生じるといった不具合が残されている。一方、同用途に高重合シリコーンを配合する処方も開発されているが(特開昭63-183515号、同63-183516号各公報参照)、耐水性に

関しては上記のシリコーン樹脂よりも劣っている。

【0004】さらに、フッ素置換アルキル基を有するシリコーン樹脂も開発されているが(特開平7-233027号公報参照)、耐水性はより向上しているものの、シリコーン樹脂特有のべたつき感やつっぱり感が残されている。また、被膜形成剤としてアクリルシリコーン共重合体も応用されている(特開平3-128311号、同3-128312号、同3-128909号、同3-170518号、同4-36218号、同4-175318号、同4-359912号各公報参照)。しかしながら、アクリルシリコーン共重合体を毛髪用途に用いた場合、毛髪のスタイリング性能には優れるが、毛髪へのコンディショニング性では高重合シリコーンの方が勝っている。スキンケアおよびメーキャップ用途に用いた場合(特開平2-25411号公報参照)、耐水性の良い被膜を形成するものの、シリコーン樹脂と同様にべたつき感やつっぱり感が残されるといった欠点を有する。

【0005】

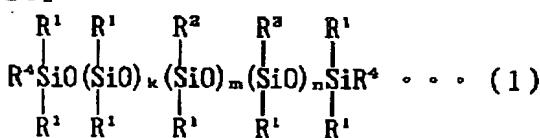
【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の状況に對処するためになされたものであり、高重合シリコーン被膜が有する柔軟性、光沢、さらにはべたつき感やつっぱり感がないといった特徴を維持し、耐水性、耐油性、滑り性機能がより向上した被膜形成性組成物、およびこれを用いた化粧料を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記の課題を解決するため銳意検討を重ねた結果、特定のフッ素置換アルキル基を有する高重合シリコーンが耐水性、耐汗性、耐油性、光沢および滑り性に優れ、べたつき感やつっぱり感がないという特性を有し、これをシリコーン油あるいはイソパラフィン油に溶解した組成物が被膜形成剤として有用であり、化粧料への使用に有用であること、特に毛髪用化粧料に用いるのに好適であることをい出し、本発明を完成するに至った。

【0007】本発明は上記の課題を解決した被膜形成性シリコーン組成物およびこれを用いた化粧料に関するものである。すなわち、(A)一般式(1)：

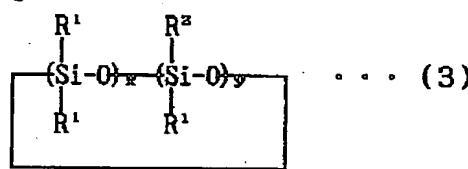
【化4】



{ここで、R¹は炭素数1~20のアルキル基またはアリール基であり、R²は炭素数1~15のフッ素置換アルキル基であり、R³は式R⁵Z[R⁵は炭素数2~6のアルキレン基であり、Zは-NR⁶₂、-N⁺R⁶₃A⁻、-NR⁶(CH₂)_aNR⁶₂、-NR⁶(CH₂)_aN⁺R⁶₃A⁻の何れかであり、R⁶は水素原子または炭素数1~4のアルキル基であり、Aはハロゲン原子であり、aは2~6の整数である]で示されるアミノ基またはアンモニウム基含有有機基であり、R⁴はR¹、R²、R³または水酸基であり、kおよびmは正の整数、nは0または正の整数であってk+m+nは2,000~20,000の整数であり、窒素含有量は0~10,000ppm、フッ素含有量は1~50重量%である。R¹~R⁴は分子中でそれぞれ全て同一でも異なっていてもよい。

②一般式(3)：

【化6】



{ここで、R¹、R²は前記に同じ、xは0~7の整数、yは0~7の整数であり、x+yは3~7の整数である}で示される環状シリコーン油、および

③常圧での沸点が60~260°Cの範囲にあるイソパラフィン系炭化水素油から選ばれる油剤20~99.5重量%とからなる被膜形成性組成物、およびこれを配合してなる化粧料に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】以下に本発明について詳しく説明する。前記(A)成分の一般式(1)で示される高重合シリコーンは被膜形成成分である。一般式(1)中の各基やシロキサン単位の数等は本発明の目的を達成するために次のように設定する。R¹は炭素数1~20のアルキル基またはアリール基であり、R²は炭素数1~15のフッ素置換アルキル基であり、R³は式R⁵Z[R⁵は炭素数2~6のアルキレン基であり、Zは-NR⁶₂、-N⁺R⁶₃A⁻、-NR⁶(C₂H₅)_aNR⁶₂、-NR⁶(CH₂)_aN⁺R⁶₃A⁻の何れかであり、R⁶は水素原子または炭素数1~4のアルキル基であり、Aはハロゲン原子であり、aは2~6の整数である]で示されるアミノ基またはアンモニウム基含有有機基であり、R⁴はR¹、R²、R³または水酸基であり、kおよびmは正の整数、nは0または正の整数であってk+m+nは2,000~20,000の整数であり、窒素含有量は0~10,000ppm、フッ素含有量は1~50重量%である。R¹~R⁴は分子中でそれぞれ全て同一でも異なっていてもよい。

【0009】前記一般式(1)のR¹の例としてはメチル

基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ミリスチル基、セチル基、ステアリル基等の脂肪族炭化水素基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の脂環式炭化水素基；フェニル基、トリル基等のアリール基などを挙げることができるが、特にメチル基あるいはフェニル基であることが望ましい。

【0010】R²の例としては-CH₂CH₂CF₃、-CH₂CH₂C₄F₉、-CH₂CH₂C₈F₁₇、-CH₂CH₂C₁₀F₂₁、-CH₂CH₂CH₂CF₃、-CH₂CH₂CH₂C₄F₉、-CH₂CH₂CH₂C₈F₁₇、-CH₂CH₂CH₂C₁₀F₂₁、-CH₂CH₂CH₂C₄F₉などなどを挙げることができるが、特に-CH₂CH₂CF₃あるいは-CH₂CH₂CH₂C₈F₁₇であることが望ましい。R³は式R⁵Zで示され、R⁵は炭素数2～6のアルキレン基であり、Zは-NR⁶₂、-N⁺R⁶₃A⁻、-NR⁶(CH₂)_aNR⁶₂、-NR⁶(CH₂)_aN⁺R⁶₃A⁻の中から選ばれる基である。また、R⁶は水素原子またはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～4のアルキル基、Aは塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲン原子であり、aは2～6の整数であるが、R³としては特に-CH₂CH₂CH₂NH₂、-CH₂CH₂CH₂NHCH₂CH₂NH₂であることが望ましい。

【0011】kおよびmは正の整数、nは0または正の整数であって、k+m+nは2,000～20,000の整数であるが、k+m+nが2,000より小さく、被膜強度が弱くなるため毛髪の保護効果が不十分であり、また20,000を超えると油剤への相溶性が低下し化粧料への配合が難しくなる。好ましくは2,500～10,000である。nが0で、かつR⁴がR³以外の基である場合、一般式(1)で示される化合物はフッ素置換アルキル基を有する高重合シリコーンであり、nが正の整数の場合、フッ素置換アルキル基とアミノ基もしくはアンモニウム基とによる共変性高重合シリコーンである。nが0で、かつR⁴がR³以外の基である場合でも、従来の高重合シリコーンが有する被膜の柔軟性、光沢などの特徴を維持し、耐水性、耐油性、滑り性がさらに向上した被膜形成成分を得ることができるが、nが正の整数の場合、さらに持続性をも向上させることができる。窒素含有量は0～10,000ppmであるが、10,000ppmを超えるとアミノ基またはアンモニウム基の含有率が高くなり、異臭の残留および着色を生じるため好ましくない。好ましくは0～5,000ppmである。

【0012】フッ素含有量は1～50重量%であるが、1重量%未満であるとフッ素含有量が少なすぎるため、耐油性および滑り性の向上効果が不十分である。また、50重量%を超えると、フッ素含有量が多すぎるために油剤への相溶性が低下し、化粧料への配合が難しくなる。特に1～20重量%であると、耐油性と滑り性が向上し、しかも直鎖および環状のジメチルシリコーン油、あるいはイソパラフィン系炭化水素油に相溶する。一方、20～50重量%の場合、耐油性と滑り性はさらに向上するが、ジメチルシリコーン油やイソパラフィン系炭化水素油に相溶

しなくなってくるため、フッ素置換アルキル基を有する直鎖あるいは環状のシリコーン油を油剤に用いて被膜形成性組成物とするのがよい。

【0013】上記被膜形成成分である高重合シリコーンは、ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン、フッ素置換アルキル基含有ポリシロキサン、フッ素置換アルキル基含有環状ポリシロキサン、アミノ基含有ポリシロキサン、ヘキサメチルジシロキサンなどから、アルカリ触媒を用いた重合反応によって得ができる。

【0014】(B)成分は上記の被膜形成成分を溶解させるための油剤であり、上記のとおり、①一般式(2)で示される直鎖状シリコーン油、②一般式(3)で示される環状シリコーン油および③常圧での沸点が60～260℃の範囲にあるイソパラフィン系炭化水素油の中から選んで使用する。一般式(2)におけるpは0～500の整数、qは0～500の整数であり、p+qは0～500の整数、かつ25℃における粘度が1,000cSt以下である。pおよびqが500を超えると一般式(1)で示される被膜形成成分との相溶性が低下するため好ましくない。好ましくはpおよびqが0～300であり、25℃における粘度が500cSt以下である。R¹、R²は前記に同じである。

【0015】一般式(3)におけるxは0～7の整数、yは0～7の整数、x+yは3～7の整数であるが、一般式(1)で示される被膜形成成分中のフッ素含有量が1～20重量%である場合には、yが0でxが3～7、特にはxが4または5であることが好ましい。また、被膜形成成分中のフッ素含有量が20～50重量%である場合には、xが0、yが3～7、特にはyが4または5であることが好ましい。R¹、R²は前記に同じである。

【0016】イソパラフィン系炭化水素油を用いる場合には、常圧での沸点が60～260℃の範囲のものが好適に使用できる。沸点が60℃未満であると溶剤臭が強すぎるため、化粧品用途には好ましくない。また、沸点が260℃を超えると被膜形成成分との相溶性が低下するため好ましくない。具体例として、アイソバーC、E、G、H、L、M(いずれもエクソン社製、商品名)、IPソルベント1016、1620、2028(いずれも出光石油化学社製、商品名)、マルカゾールR(丸善石油化学社製、商品名)、日石アイソゾール300、400(いずれも日本石油化学社製、商品名)、シェルゾール71(シェル化学社製、商品名)、ソルトール100、130、220(いずれもフィリップ社製、商品名)、イソヘキサデカン(バイエルジャパン社製)などを挙げることができる。

【0017】本発明の被膜形成性組成物は、一般式(1)で示される高重合シリコーン0.5～80重量%と、一般式(2)または(3)で示されるシリコーン油、またはイソパラフィン系炭化水素油20～99.5重量%とからなる。高重合シリコーンの比率が0.5重量%より少ないと、十分な強度を有する被膜が得られなくなる。また80

重量%より多いと、組成物自身の粘度が高くなりすぎるため、取り扱いが困難となる。好ましくは、高重合シリコーン成分が5~30重量%、油剤成分が70~95重量%である。なお、(A)成分の高重合シリコーン、(B)成分の油剤とともに2種以上を併用することもできる。

【0018】本発明の被膜形成性組成物を毛髪用化粧料に応用する場合には、全配合量中、被膜形成性組成物から選ばれる組成物を0.1~20重量%、アニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤から選ばれる界面活性剤を0.1~50重量%、水および/またはエタノールを1~95重量%、それぞれ必須成分として配合する。被膜形成性組成物の配合量が0.1重量%未満であると毛髪の保護効果が得られず、20重量%を超えると配合が困難となる。界面活性剤が0.1重量%未満であると十分な界面特性が得られず、50重量%を超えると被膜形成性組成物の分散性が低下する。被膜形成性組成物、界面活性剤とともに2種以上を併用することもできる。なお、後記の任意成分を配合すれば、全配合量中の必須成分の合計は100重量%未満である。

【0019】アニオン性界面活性剤の具体例としては、脂肪酸石けん、 α -アシルスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルアリールおよびアルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩、エチレンオキサイドおよび/またはプロピレンオキサイドを付加したアルキルまたはアルケニルエーテル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルアミドリン酸塩、アルキロイルアルキルタウリン塩、N-長鎖アシルアミノ酸塩等が挙げられる。両性界面活性剤の具体例としては、ベタイン型(カルボキシベタイン、スルホベタイン)、アミドベタイン型、アミノカルボン酸塩型、イミダゾリン誘導体型等が挙げられる。

【0020】カチオン性界面活性剤の具体例としては、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム等の第4級アンモニウム塩、ステアラミドプロピルジメチルアミン、ジエチルアミノエチルステアラミド、ジメチルステアラミン、ミリスチルアミン等のアミン類、ステアリルアミン塩酸塩、ステアリルアミンホルムート等のアミン塩類などが挙げられる。

【0021】ノニオン性界面活性剤の具体例としては、エチレンオキサイドおよび/またはプロピレンオキサイドを付加したアルキルまたはアルケニルエーテル、アルキルアリールポリオキシエチレンエーテル、アルキロイルアミド、アルキルグリセリンエーテル型ポリオキシエチレンエーテル、プロピレングリコールエステルのポリオキシエチレンエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、グリセリンと脂肪酸のエステルのポリオキシエチレンエーテル、脂肪酸のソルビタンエステルのポリオ

キシエチレンエーテル、ソルビトールポリオキシエチレンの脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリエーテル変性シリコーン等が挙げられる。

【0022】本発明の化粧料には上記成分以外に、目的に応じ任意成分として他の成分を配合することができる。例えば、流動パラフィン、スクワラン、ラノリン誘導体、高級アルコール、各種エステル油、シリコーン油等の油分、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール等の水溶性多価アルコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等の保湿剤、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、アクリル系樹脂、シリコーン樹脂、ポリビニルピロリドン等の樹脂類、蛋白または蛋白分解物、バラオキシ安息香酸エチル、バラオキシ安息香酸ブチル等の防腐剤、ジ- τ -ブチルヒドロキシトルエン等の酸化防止剤、カルボキシビニルポリマー等の増粘剤、香料、顔料、色素などが挙げられる。

【0023】化粧料としての剤型は可溶化系、乳化系、粉末分散系、エアゾール系のいずれでも構わない。また応用例としてはシャンプー、リンス、トリートメント、コンディショナー、ヘアオイル、ヘアブロー、ヘアローション、ヘアスプレー等のヘアケア製品の他、ファンデーション、口紅、化粧下地、マスカラ、スキンクリーム、スキンローション、サンスクリーンオイル、乳液などの皮膚、およびメイキャップ製品類が挙げられる。

【0024】
30 【実施例】以下、実施例および処方例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。なお、高重合シリコーンの分子量は、光散乱光度計を用いて分析した絶対分子量を示す。またフッ素含有量と窒素含有量は通常の元素分析によって求めた。

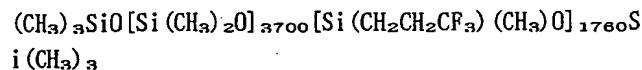
【0025】(実施例1)オクタメチルシクロテトラシロキサン414g、ヘキサメチルジシロキサン0.16g、 $[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CF}_3)_2]_3$ 179gの混合液をアルカリ触媒下で重合し、中和および未反応物を溜去することにより、
40 高重合シリコーンを得た(重合物1)。分子量が59.4万、フッ素含有量が11.0重量%であることから、以下に示すポリマーであることを確認した。

$(\text{CH}_3)_8\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{5600}[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CF}_3)_2(\text{CH}_3)\text{O}]_{1150}\text{Si}(\text{CH}_3)_3$

これを日石アイソゾール400(前出)に濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た(組成物1)。

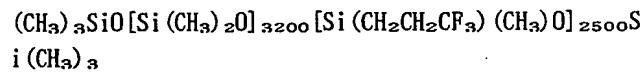
【0026】(実施例2)オクタメチルシクロテトラシロキサン274g、ヘキサメチルジシロキサン0.16g、 $[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CF}_3)_2]_3$ 275gを用い、実施例1と同様に

して高重合シリコーンを得た（重合物2）。分子量が54.8万、フッ素含有量が18.3重量%であることから、以下に示すポリマーであることを確認した。



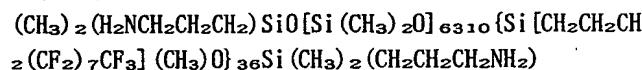
これをデカメチルシクロペンタシロキサンに濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た（組成物2）。

【0027】（実施例3）オクタメチルシクロテトラシロキサン237g、ヘキサメチルジシロキサン0.16g、 $[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CF}_3)\text{O}]_3$ 390gを用い、実施例1と同様にして高重合シリコーンを得た（重合物3）。分子量が62.7万、フッ素含有量が22.7重量%であることから、以下に示すポリマーであることを確認した。



これを環状フッ素変性シリコーン油 $[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}\text{F}_3)\text{O}]_4$ に濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た（組成物3）。

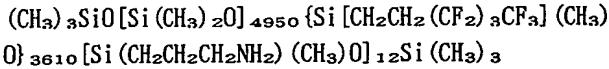
【0028】（実施例4）オクタメチルシクロテトラシロキサン467g、1,1,3-ビスアミノプロピルテトラメチルジシロキサン0.25g、 $[\text{Si}(\text{CH}_3)[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CF}_2)_7\text{CF}_3]\text{O}]_3$ 18.7gを用い、実施例1と同様にして高重合シリコーンを得た（重合物4）。分子量が48.6万、フッ素含有量が2.4重量%、窒素含有量が58ppmであることから、以下に示すポリマーであることを確認した。



これをジメチルポリシロキサン（25°Cにおける粘度20cSt）に濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た（組成物4）。

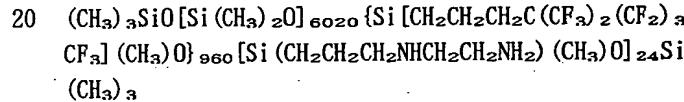
【0029】（実施例5）オクタメチルシクロテトラシ*

*ロキサン366g、ヘキサメチルジシロキサン0.16g、 $[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CF}_2)_3\text{CF}_3)(\text{CH}_3)\text{O}]_3$ 1,105g、 $[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}\text{H}_2)(\text{CH}_3)\text{O}]_4$ 1.40gを用い、実施例1と同様にして高重合シリコーンを得た（重合物5）。分子量が147万、フッ素含有量が41.9重量%、窒素含有量が114ppmであることから、以下に示すポリマーであることを確認した。



これを環状フッ素変性シリコーン油 $[\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}\text{F}_3)\text{O}]_5$ に濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た（組成物5）。

【0030】（実施例6）オクタメチルシクロテトラシロキサン445g、ヘキサメチルジシロキサン0.16g、 $[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CF}_3)_2(\text{CF}_2)_3\text{CF}_3)(\text{CH}_3)\text{O}]_3$ 403g、 $[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)(\text{CH}_3)\text{O}]_4$ 3.84gを用い、実施例1と同様にして高重合シリコーンを得た（重合物6）。分子量が85.3万、フッ素含有量が27.8重量%、窒素含有量が78ppmであることから、以下に示すポリマーであることを確認した。



これをフッ素変性シリコーン $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{16}[\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CF}_3)(\text{CH}_3)\text{O}]_{18}\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ に濃度が10重量%になるように溶解し、透明液状の目的物を得た（組成物6）。

【0031】（溶解性試験）実施例1～6で得られた高重合シリコーン（重合物1～6）の溶解性を以下に示す。高重合シリコーン濃度10重量%で、室温下に12時間攪拌後の溶解状態を目視で観察した。評価○：透明均一溶解、△：均一分散、×：不溶。

【表1】

	重合物						比較例 ^①
	1	2	3	4	5	6	
デカメチルシクロペンタシロキサン	○	○	×	○	×	×	○
ジメチルシリコン（20cSt）	×	×	×	○	×	×	○
イソパラフィン ^②	○	×	×	○	×	×	○
イソオクタン酸トリリセリル	×	×	×	△	×	×	○
カルボン酸イソプロピル	×	×	×	△	×	×	○
イソオクタン酸セチル	×	×	×	△	×	×	○

*1) 高重合ジメチルシリコーン $((\text{CH}_3)_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{6000}\text{Si}(\text{CH}_3)_3$

*2) 日石アイソゾール400（前出）

以上のことから、本発明に係る高重合シリコーンは高重合ジメチルシリコーンと比較して耐油性が著しく向上していることがわかる。

【0032】（滑り性試験）実施例1～6で得られた組

成物1～6の滑り性試験結果を以下に示す。組成物1～6の各々について、その1gを牛皮（4cm×10cm）に均一に塗布し、50°Cで24時間乾燥後、DF・PMメーター（協和化学社製）を用いて垂直荷重50g、ベン先移動速度19cm/minの条件で水平抵抗値を測定し、滑り性を評価した。

【表2】

水平抵抗値(単位: g)

	組成物						比較例 ³	比較例 ⁴
	1	2	3	4	5	6		
塗布前	26.3	27.9	28.1	27.2	27.4	28.3	27.7	27.4
塗布乾燥後	13.6	12.0	11.7	14.9	10.6	11.0	19.5	19.0

* 3) 高重合ジメチルシリコーン(溶解性試験で用いたのと同じもの)10重量%とデカメチルシクロペンタシロキサン90重量%からなるシリコーン組成物

* 4) アミノ変性高重合シリコーン<(CH₃)₃SiO[Si(C₂H₅)₂O]₆₀₀₀[Si(CH₃)(CH₂CH₂CH₂NH₂)O]₁₀Si(CH₃)₃>10重量%とデカメチルシクロペンタシロキサン90重量%からなるシリコーン組成物

以上のことから、本発明の被膜形成性組成物は優れた滑*

*り性を有していることがわかる。

【0033】(耐水性試験)下記の処方で日焼け止めオイルを調製し、耐水性試験を行った。日焼け止めオイル10gを5×5cmのガラスプレートに均一に塗布し、50℃で24時間乾燥した。このプレートを約45度の角度に傾斜させ、塗布面を流水に5分間曝した。水分を十分に乾燥させた後、プレート上の被膜残留量を測定した。

	例1	例2	例3
組成物1	0重量%	20	0
組成物2	0	0	20
高重合ジメチルシリコーン組成物 ⁵⁾	20	0	0
流動バラフィン	5	5	5
デカメチルシクロペンタシロキサン	25	25	25
エタノール	50	50	50
被膜残留量(重量%)	74	92	96

* 5) 高重合ジメチルシリコーン(溶解性試験で用いたのと同じもの)10重量%とデカメチルシクロペンタシロキサン90重量%からなるシリコーン組成物

以上のように、本発明の被膜形成性組成物は耐水性が著しく向上していることがわかる。

※【0034】(処方例1)下記の処方でシャンプーを調製し、洗髪後の感触を評価した。

	処方例1: 1	1.2	1.3	1.4
ドデシル硫酸ナトリウム	20重量%	20	20	20
組成物1	0	2	0	0
組成物2	0	0	2	0
組成物4	0	0	0	2
高重合ジメチルシリコーン組成物 ⁶⁾	2	0	0	0
水	78	78	78	78
艶	すすぎ後	△	○	○
	乾燥後	○	◎	◎
櫛通り性	すすぎ後	○	◎	◎
	乾燥後	△	○	○

* 6) 高重合ジメチルシリコーン(溶解性試験で用いたのと同じもの)10重量%とデカメチルシクロペンタシロキサン90重量%からなるシリコーン組成物

以上のように、本発明の被膜形成性組成物をシャンプーに応用すると、艶と櫛通り性に優れた毛髪処理を行うことができる。なお、評価基準は、5点:非常に良好、4点:良好、3点:普通、2点:やや不良、1点:不良、の採点を行い、平均点4.5以上を◎、平均点3.5以☆

☆上4.5未満を○、平均点2.5以上3.5未満を△、平均点2.5未満を×で示した。

【0035】(処方例2)下記成分を配合してコンディショナー剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
ヒドロキシエチルセルロース	0.50
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2.00

13

4

ポリエーテル変性シリコーン ⁷⁾	0.50
ステアリルアルコール	1.50
ステアラミドプロピルジメチルアミン	0.50
グリセリンモノステアレート	1.00
組成物2	1.00
イオン交換水	93.0

* 7) KF6011 (信越化学工業社製、商品名)

【0036】(处方例3) 下記成分を配合してリンス剤* *を調製した。

成 分	配合量(重量%)
塩化セチルトリメチルアンモニウム	1.00
セチルアルコール	2.00
組成物3	2.00
グリセリンモノステアレート	1.50
ステアリン酸	0.50
グリセリン	5.00
プロピレングリコール	5.00
イオン交換水	83.0

【0037】(处方例4) 下記成分を配合してヘアスプ※ ※レー剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
組成物5	10.0
ポリエーテル変性シリコーン ⁸⁾	1.00
エタノール	5.00
ジメチルエーテル	84.0

* 8) KF6015 (信越化学工業社製、商品名)

【0038】(处方例5) 下記成分を配合してヘアーグ★ ★リーム剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
組成物6	15.0
ジメチルポリシロキサン (粘度 20cSt)	5.00
トリー2-エチルヘキサン酸グリセリン	8.00
ワセリン	5.00
ステアリルアルコール	2.00
ソルビタンモノオレート	2.00
ポリオキシエチレン (40) 硬化ヒマシ油エステル	2.00
グリセリン	5.00
イオン交換水	56.0

【0039】(处方例6) 下記成分を配合してヘアーブ☆ ☆ロー剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
組成物2	5.00
1, 3-ブチレングリコール	2.00
ポリオキシエチレン (60) 硬化ヒマシ油エステル	2.00
エタノール	15.0
イオン交換水	76.0

【0040】(处方例7) 下記成分を配合して泡状ヘア◆ ◆ーセット剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
組成物3	10.0
トリメチルシロキシリケート ⁹⁾	1.00

15	6
グリセリン	3.00
ポリオキシエチレン(120) 硬化ヒマシ油エステル	2.00
エタノール	15.0
イオン交換水	61.0
n-ブタン	8.00

* 9) K F 7312F (信越化学工業社製、商品名)

【0041】(处方例8) 下記成分を配合してファンデーションを調製した。

成 分	配合量(重量%)
デカメチルシクロペンタシロキサン	31.0
ジメチルポリシロキサン(粘度6cSt)	2.00
組成物4	2.00
ホホバオイル	2.00
セレシン	8.00
マイクロクリスタリンワックス	1.00
ポリエーテル変性シリコーン ^{*10)}	2.00
疎水化処理顔料粉末	20.0
イオン交換水	10.0
L-グルタミン酸ナトリウム	1.00
グリセリン	15.0
ジプロピレングリコール	6.00

* 10) K F 6017 (信越化学工業社製、商品名)

【0042】(处方例9) 下記成分を配合して口紅を調製した。

成 分	配合量(重量%)
オクタメチルシクロテトラシロキサン	15.0
ジメチルポリシロキサン(粘度6cSt)	30.0
組成物5	2.00
カルナバロウ	3.00
アリストワックス(165F)	13.0
ポリエーテル変性シリコーン ^{*10)}	2.00
酸化鉄(赤)	0.50
酸化鉄(黄)	1.00
赤色顔料	1.00
二酸化チタン	11.0
イオン交換水	4.00
グリセリン	17.0
アテロコラーゲン	0.50

【0043】(处方例10) 下記成分を配合してサンス★クリーン剤を調製した。

成 分	配合量(重量%)
イオン交換水	28.5
ピロリドンカルボン酸ナトリウム	1.00
組成物6	2.00
L-グルタミン酸ナトリウム	1.50
プロピレングリコール	15.0
セタノール	0.50
ステアリン酸	0.50
デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
流動バラフィン(70cSt)	3.00

17

オリーブ油	2.00
ポリエーテル変性シリコーン ^{*10)}	5.00
ラノリン	1.00
酸化チタン	5.00
セリサイト	9.00
酸化亜鉛	5.00
酸化鉄(黄)	0.50
酸化鉄(赤)	0.50
<u>ナイロンパウダー</u>	<u>5.00</u>

【0044】

【発明の効果】本発明の被膜形成性シリコーン組成物は耐水性、耐汗性、耐油性、光沢および滑り性に優れた被膜を与えるので、化粧料に配合すると汗等による化粧崩

れ防止効果が高く、特に毛髪用化粧料に応用すると、毛髪に光沢と滑らかさを与え枝毛、切れ毛等の損傷防止効果の高い化粧料を得ることができる。